AC 135 - 112 ST 1311571

BATT \* S03 K4894 D/41 \*DE 3011-571 Surface tension measurement of molten enamel, metal etc. - separating liq. beam at nodes of standing ultrasonic wave by increasing velocity amplitude

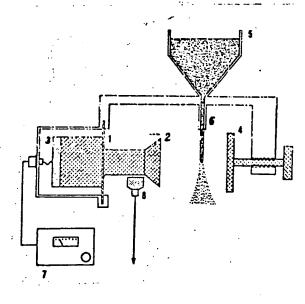
BATTELLE-INSTITUTE 26.03.80-DE-011571

(01.10.81) G01n-13/02 26.03.80 as 011571 (1297BD)

An arrangement for measurement of surface tension by feeding a sample of liquid into the region of a pressure node of a standing ultrasonic wave enables the advantages of dynamic measurement methods to be achieved with economical continuous measurement. The device may be used in a portable mode for rapid measurement, esp. with liquids whose qualities are variable.

The liq. is fed in in the form of a liq. beam whose velocity amplitude is continuously increased in the modes until the beam separates. The separation velocity amplitude is the measure of the surface tension. It is increased by raising the ultrasonic generator (7) power or transmitter (3) amplitude for constant gar density or pressure. These values can be used as the measure of surface tension. (16pp Dwg.No.1)

S3-F4



# ® BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

# <sup>®</sup> Off nl gungsschrift <sup>®</sup> DE 30 11 571 A 1

⑤ Int. Cl. <sup>3</sup>: G 01 N 13/02



DEUTSCHES PATENTAMT

Battelle-Institut e.V., 6000 Frankfurt, DE

Anmelder:

- ② Aktenzeichen:
- Anmeldetag:
- Offenlegungstag:

P 30 1.1 571.0 28. 3.80 1.10.81

@ Erfinder:

Heide, Wolfgang Martin, Dipl.-Phys., 6100 Darmstadt, DE; Lierke, Ernst Günter, Dipl.-Phys. Dr.-Ing., 6231 Schwalbach, DE

(A) Verfahren und Vorrichtung zur Bestimmung von Oberflächenspannung



10 390-21/5/80 CASCH/KRI

21. März 1980

5 BATTELLE - INSTITUT E.V., Frankfurt/Main

#### Patentansprüche

- Verfahren zur Bestimmung von Oberflächenspannung, bei dem die Flüssigkeitsprobe in den Bereich des Druckknotens einer stehenden Ultraschallwelle geführt wird, dadurch gekennzeichnet, daß die Probe in Form eines Flüssigkeitsstrahls eingeleitet, die Schnelleamplitude im Druckknoten bis zum Auseinanderreißen des Flüssigkeitsstrahls kontinuierlich erhöht und die für das Ause nanderreißen erforderliche Schnelleamplitude als Maß für die Oberflächenspannung benutzt wird.
- 20 2. Verfahren nach Ansprich 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Schnelleamplitude durch Steigerung der Ultraschall-Generatorleistung oder Ultraschall-Senderamplitude bei konstanter Gasdichte bzw. konstantem Druck erhöht und die für das Ausbinanderreißen des Flüssigkeitsstrahls erforderliebe Generationenten torleistung oder Senderamplitude als Maß für die Generalschen-spannung benutzt wird.



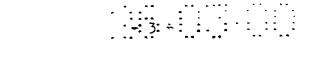
- 3. Verfahren nach Anspruch 1, <u>dadurch gekennzeichnet</u>, daß die Schnelleamplitude durch Steigerung des Gasdrucks bzw. der Gasdichte bei konstanter Ultraschall-Generatorleistung bzw. Ultraschall-Senderamplitude erhöht und die für das Auseinanderreißen des Flüssigkeitsstrahls erforderliche Gasdichte bzw. Gasdruck als Maß für die Oberflächenspannung benutzt wird.
- 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, <u>dadurch gekenn-</u>

  zeichnet, daß der Durchmesser des Flüssigkeitsstrahls ca.

  1 bis 5 mm beträgt.
  - 5. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß sie besteht aus einem Senderwandler (1) und einem Reflektor (4), einer Einrichtung (5,6) zur Einführung des Flüssigkeitsstrahls, einer Einrichtung (9,10) zur Kontrolle der Desintegration des Flüssigkeitsstrahls sowie einer Anordnung (7,8,13,14) zur stufenlosen Anderung und Messung der Generatorleistung, Senderamplitude, und/oder de Gasdichte bzw. des Gasdrucks.
    - 6. Vorrichtung nach Anspruch 5, <u>dadurch gekennzeichnet</u>, daß die Einrichtung (5,6) zur Führung des Flüssigkeitsstrahls eine austauschbare Kapillare (6) aufweist.

20

15



- 7. Vorrichtung nach Anspruch 5 oder 6, <u>dadurch gekennzeichnet</u>, daß die Einrichtung (5,6) zur Einführung des Flüssigkeitsstrahls in axialer Richtung verschiebbar ist.
- 8. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 5 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß zur Kontrolle der Desintegration des Flüssigkeitsstrahls eine Lichtquelle (9) und eine Photozelle (10) vorgesehen sind.



10 390-21/5/80 CASCH/KRI

5

1.0

15

20

25

21. März 1980

BATTELLE - INSTITUT E.V., Frankfurt/Main

Verfahren und Vorrichtung zur Bestimmung von Oberflächenspannung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bestimmung von Oberflächenspannung, bei dem die Flüssigkeitsprobe in den Bereich des Druckknotens einer stehenden Ultraschallwelle geführt wird, sowie eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

Für die Bestimmung der Oberflächenspannung von Flüssigkeiten oder Schmelzen sind verschiedene Meßverfahren bekannt. Sie werden in Bezug auf die verwendeten Flüssigkeitseigenschaften als statische oder dynamische Verfahren bezeichnet. Zu den statischen Methoden gehören z.B. alle Bügel-, Steighöhen-, Tropfen-, Blasen- und Krümmungsdruck-Methoden, während die dynamischen Meßmethoden angeregte Schwingungen von Flüssigkeiten auswerten (F. Kohlrausch, "Praktische Physik", Band 1, B.G. Teubner Verlag, 1968, S. 186-191 30040/0618

Die statischen Verfahren sind am weitesten entwickelt und werden für Messungen in der Praxis am häufigsten eingesetzt. Auf die Meßgenauigkeit wirken sich jedoch Alterungen der Oberflächen der Meßeinrichtungen sowie unvollständige Benetzung zwischen Apparatur und Flüssigkeit nachbeilig aus.

5

10

15

20

Die dynamischen Verfahren besitzen nicht das Problem der Oberflächenalterung. Ebenso werden die Messungen nicht, wie bei den statischen Verfahren, durch die Vollständigkeit der Benetzung beeinflußt, da nur die Eigenschaften von freien Flüssigkeitsoberflächen in Form von Wellenlängen, Resonanzfrequenzen oder Phasendifferenzen zur Auswertung herangezogen werden. So ist z.B. ein Verfahren bekannt, bei dem die Stoffparameter durch Anregung von Oszillationen bzw. Pulsationen an einem in einer stehenden Ultraschallwelle schwebenden Tropfen berührungslos ermittelt werden können (DE-OS 27 09 698). Der Nachteil dieses Verfahrens liegt darin, daß positionierte Tropfen höherer Viskosität keine auswertbare Resonanz zeigen und unter terrestrischen Bedingungen durch stehende Ultraschallwellen nur kleine Tropfen unverformt in der Schwebe zu halten sind. Ferner sind zur Durchführung von dynamischen Meßverfahren allgemein aufwendige Vorrichtungen erforderlich.

Der vorliegenden Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde,



ein Verfahren zu entwickeln, das die Vorteile der dynamischen Meßmethoden aufweist, jedoch ohne den gerätetechnischen Aufwand kontinuierlich durchgeführt werden kann. Die erfindungsgemäße Vorrichtung soll einen mobilen Einsatz für Schnellbestimmungen der Oberflächenspannung, insbesondere von Flüssigkeiten mit veränderlichen Stoffparametern, ermöglichen.

Es hat sich nun gezeigt, daß sich diese Aufgabe lösen läßt,
wenn die Probe in Form eines Flüssigkeitsstrahls eingeleitet,
die Schnelleamplitude im Druckknoten bis zum Auseinanderreissen des Flüssigkeitsstrahls kontinuierlich erhöht und die für
das Auseinanderreißen erforderliche Schnelleamplitude als
Maß für die Oberflächenspannung benutzt wird.

5

Die Schnelleamplitude kann durch Steigerung der UltraschallGeneratorleistung bzw. Ultraschall-Senderamplitude erhöht
und die für das Auseinanderreißen des Flüssigkeitsstrahls erforderliche Generatorleistung bzw. Senderamplitude als Maß
für die Oberflächenspannung benutzt werden. Nach einer weiteren Ausführung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die Erhöhung der Schnelleamplitude durch Steigerung des Gasdrucks
bzw. der Gasdichte bei konstanter Ultraschall-Generatorleistung bzw. Ultraschall-Senderamplitude erreicht. In diesem
Fall kann der im Moment des Auseinanderreißens des Flüssigkeitsstrahls gemessene Gasdruck zur Ermittlung der Oberflächenspannung herangezogen werden.

Der Durchmesser des in den Bereich der Ultraschallwelle geführten Flüssigkeitsstrahls kann in weiten Grenzen variieren. Er beträgt jedoch vorzugsweise zwischen 1 und 5 mm. Die Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist in den Ansprüchen 5 bis 8 beschrieben.

Die Erfindung basiert auf der Tatsache, daß Flüssigkeitsstrahlen im Schnellebauch bzw. Druckknoten eines stehenden Ultraschallfeldes auseinanderreißen. Hierfür wird zwischen einem kolbenmembranförmigen schwingenden Ultraschallsender mit einer Arbeitsfrequenz von z.B. 20 kHz und einem diesem im Resonanzabstand von  $x_0 = n \cdot \lambda / 2$ , mit  $n = 1, 2, 3, \ldots$ , gegenberliegenden ebenen Reflektor ein stehendes Wellenfeld erzeugt. Das Wellenfeld läßt sich durch den Schalldruck p bzw. Schallschnelle v beschreiben:

$$p(x) = p_{max} \cdot cos kx$$

5

10

15

20

$$v(x) = v_{max} \cdot \sin kx = \frac{p_{max}}{s_0 \cdot c_0} \cdot \sin kx$$

wobei  $k = \frac{2\pi}{\lambda}$  = Wellenzahl,

$$\lambda = \frac{c_0}{c}$$
 = Wellenlänge,

c = Schallgeschwindigkeit im gasförmigen Medium, z.B.Luft, 25 ? = Dichte des Gases bedeuten.

130040/0618

Wird die zu messende Flüssigkeit in einem zylindrischen Strahl radial in das Ultraschallwellenfeld eingeleitet, so wirken durch die schwingenden Moleküle des gasförmigen Mediums auf sie die axialen Kräfte des Schallstrahlungsdrucks  $p_{\rm str}$  und die radial nach außen gerichteten Kräfte des Bernoulli Unterdrucks  $p_{\rm Bern}$ :

$$(p_{str})_{max} = \frac{p_{max}^2}{2 \int_0^2 c_0^2}$$

$$(p_{Bern})_{max} = -\frac{\int_0^2 v_{max}^2}{2 \int_0^2 v_{max}^2}$$

5

15

25

Im Zusammenwirken dieser beiden Drucke erhält man die auf den Flüssigkeitsstrahl einwirkenden Kräfte. Der Gradient des Schallstrahlungsdrucks erzeugt eine Axialkraft in Ausbreitungsrichtung der Schallwelle und drückt den Strahl in den Bereich mit dem kleinsten Strahlungsdruck, den Druckknoten. In diesem Bereich wird ein Flüssigkeitsstrahl zunächst zu einem Film auseinandergezogen. Am Rande dieses Films werden dann von den Gasmolekülen Scherkräfte erzeugt, die zum radialen Abnebeln von Flüssigkeitströpfchen führen. Den Kräften zur Flüssigkeitsdesintegration wirkt seitens des zylindrischen Strahls der Kapillardruck PKapillar entgegen:

130040/0618

Für Flüssigkeiten mit großer Oberflächenspannung werden dementsprechend proportional größere Schallpegel zur Überwindung des Kapillardrucks benötigt. Größere Schallpegel p sind entweder durch Erhöhung der Schnelleamplitude  $\mathbf{v}_{0}$  des Senderwandlers oder durch Erhöhung der Gasdichte bzw. des Gasdrucks:

$$p = \beta_0 \cdot c_0 \cdot v_0 = \omega \cdot \beta_0 \cdot c_0 \cdot A_0$$

möglich. Die Gasdichte  $\boldsymbol{\varsigma}_{o}$  wird bei erhöhtem statischem Gas10 druck p $_{Gas}$  zu

$$\varsigma = \varsigma_o \left(\frac{p}{p_o}\right)_{\text{Gas}}$$

In diesen Gleichungen bedeuten

ω = 2 Wf = Kreisfrequenz

f = Ultraschallfrequenz

A<sub>O</sub> = Senderwandleramplitude

 $g_ig_o = Gasdichte.$ 

15

20

Aus diesen Zusammenhängen ergibt sich die Möglichkeit, die Oberflächenspannung der Flüssigkeit über die Parameter Amplitude oder Leistung des Ultraschallsenders zu bestimmen:

25 
$$G = K^1 \cdot V_5 = K^5 \cdot V$$

wobei N die Leistung des Ultraschallgenerators und  $K_1$  bzw.  $K_2$  die Gerätekonstanten bedeuten.

Die Messung der Oberflächenspannung reduziert sich somit auf die Messung der zum Auseinanderreißen des Flüssigkeitsstrahls erforderlichen Senderamplitude A, der Ultraschalleistung N oder des Gasdrucks.

Die Gerätekonstanten K<sub>1</sub> und K<sub>2</sub> lassen sich durch Verwendung von Eichflüssigkeiten bekannter Oberflächenspannung unmittelbar bestimmen.

Der Zerstäubungseinsatz im Druckknoten des Wellenfeldes kann entweder direkt beobachtet werden oder über optische Empfänger durch Absorptions- oder Streuungsanzeigen kontrolliert werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren und die Vorrichtung werden anhand beiliegender Zeichnungen näher erläutert. Es zeigen in schematischer Vereinfachung:

Figur 1 bis 4

15

20

mögliche Ausführungsformen für die erfindungsgemäße Vorrichtung.

Figur 1 zeigt einen gestuften Ultraschallsenderwandler 1 mit
25 der Abstrahlfläche 2 und z.B. piezoelektrischer Anregung 3. lm



Abstand  $x_0 = n \cdot \lambda/2$  befindet sich ein justierbarer Reflektor 4. Aus einem Vorratsgefäß 5 wird durch eine axial justierbare Kapillare 6 ein Flüssigkeitsstrahl einstellbaren Durchmessers in den Schalldruckknoten eingeleitet. Die elektrische Leistung am Ultraschallgenerator 7 wird nun soweit erhöht bis der Strahl desintegriert und gemessen. Anstelle der Leistung kann über einen Wirbelstromsensor 8 auch die Amplitude des Senderwandlers gemessen und in Werten der Oberflächenspannung geeicht werden.

10

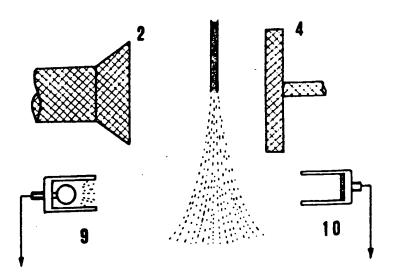
5

Aus Figur 2 und 3 geht hervor, daß der Desintegrationseinsatz durch optische Sensoren, z.B. durch eine Lampe 9 und eine Photozelle 10, in Form einer Lichtschranke (Figur 2) oder Streulichtmessung (Figur 3) kontrolliert werden kann.

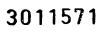
15

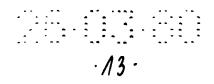
In Figur 4 wird eine Vorrichtung gezeigt, bei der die Änderung der Schnelleamplitude über die Erhöhung des Gasdrucks erfolgt. Das oben beschriebene System befindet sich in diesem Fall in einem abgeschlossenen Behälter 11. Die Änderung des Gasdrucks erfolgt über den Stutzen 12 und Absperrventil 13. Der zum Auseinanderreißen des Flüssigkeitsstrahls erforderliche Gasdruck läßt sich am Manometer 14 ablesen.

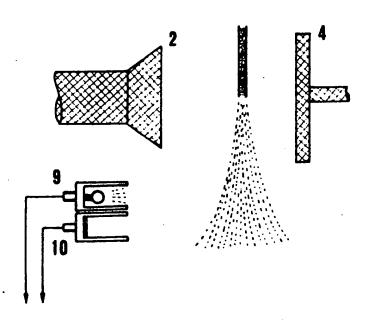
25



Figur 2

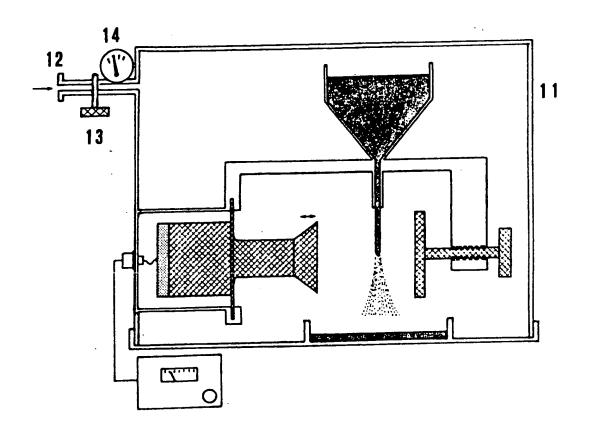






Figur 3

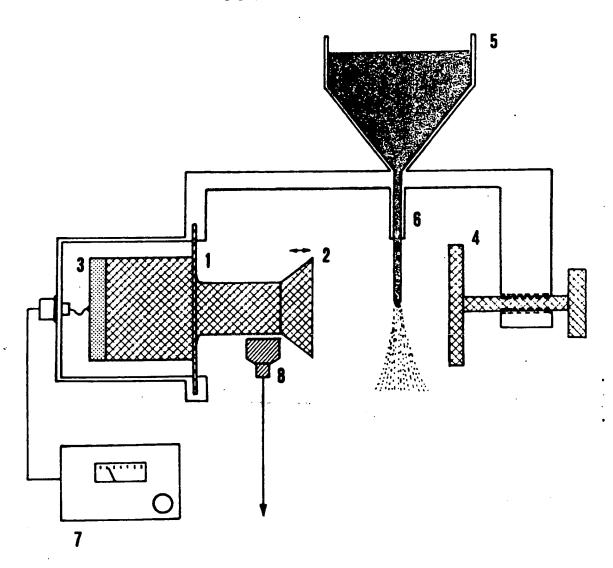




Figur 4

15.

Numm r: Int. Cl.<sup>3</sup>: Anm ld tag: Offenlegungstag: 30 11 571 G 01 N 13/02 26. März 1980 1. Oktober 1981



Figur 1